

Japan Patent Office

Patent Gazette

Patent No. 3926270  
Date of Registration: March 9, 2007  
Date of Publication of Gazette: June 6, 2007  
International Class(es): C09D 7/14  
C09D 201/00  
B05D 7/24  
C09D 5/03  
C09D 5/29  
C09D 7/12  
(22 pages in all)

---

Title of the Invention: POWDER COATING COMPOSITION,  
PROCESS FOR PRODUCING THE  
SAME, AND COATING FILM MADE  
FROM THE SAME

Patent Appln. No. 2002-592413  
Filing Date: May 16, 2002  
International Filing No. PCT/JP2002/004757  
International Publication No. WO2002/094950  
International Publication Date: November 28, 2002  
Date of Filing Substantive Examination: November 14, 2003  
Priority Claimed: Country: Japan  
Filing Date: May 24, 2001  
Serial No.2001-155384  
Inventor(s): Yasushi TAKANO and Toru NIIZAKI  
Patentee(s): TOYO ALUMINIUM KABUSHIKI  
KAISHA

(transliterated, therefore the  
spelling might be incorrect)

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3926270号

(P3926270)

(45) 発行日 平成19年6月6日(2007.6.6)

(24) 登録日 平成19年3月9日(2007.3.9)

(51) Int. Cl.

F1

CO9D 7/14 (2006.01)	CO9D 7/14
CO9D 201/00 (2006.01)	CO9D 201/00
BO5D 7/24 (2006.01)	BO5D 7/24 301A
CO9D 5/03 (2006.01)	CO9D 5/03
CO9D 5/29 (2006.01)	CO9D 5/29

請求項の数 7 (全 22 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2002-592413 (P2002-592413)  
 (86) (22) 出願日 平成14年5月16日(2002.5.16)  
 (86) 国際出願番号 PCT/JP2002/004757  
 (87) 国際公開番号 WO2002/094950  
 (87) 国際公開日 平成14年11月28日(2002.11.28)  
 審査請求日 平成15年11月14日(2003.11.14)  
 (31) 優先権主張番号 特願2001-155384 (P2001-155384)  
 (32) 優先日 平成13年5月24日(2001.5.24)  
 (33) 優先権主張国 日本国(JP)

(73) 特許権者 399054321  
 東洋アルミニウム株式会社  
 大阪府大阪市中央区久太郎町三丁目6番8号  
 (74) 代理人 100064746  
 弁理士 深見 久郎  
 (74) 代理人 100085132  
 弁理士 森田 俊雄  
 (74) 代理人 100083703  
 弁理士 仲村 義平  
 (74) 代理人 100096781  
 弁理士 堀井 豊  
 (74) 代理人 100098316  
 弁理士 野田 久登

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粉体塗料組成物とその製造方法およびそれを使用した塗膜

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

粘着性を備えた結合剤を介してフレーク状顔料を表面に結合させた熱硬化性樹脂粉末を含み、前記粘着性を備えた結合剤は、前記熱硬化性樹脂粉末を溶解しない溶媒に溶解する樹脂であり、前記熱硬化性樹脂粉末を溶解しない溶媒の沸点は、大気圧下で28～130℃の範囲にあり、前記粘着性を備えた結合剤は、数平均分子量が300～2000の範囲にあり、かつ軟化点が30～180℃の範囲にあるオリゴマーである粉体塗料組成物の製造方法であって、

前記フレーク状顔料と前記熱硬化性樹脂粉末と前記熱硬化性樹脂粉末を溶解しない溶媒と前記粘着性を備えた結合剤とを混練する工程と、混練して得られた内容物を湿潤状態とした後、混練を継続しながら乾燥させる工程とを備えたことを特徴とする粉体塗料組成物の製造方法。

【請求項 2】

前記フレーク状顔料は、アルミニウムフレークである、請求項1に記載の粉体塗料組成物の製造方法。

【請求項 3】

前記アルミニウムフレークの平均粒子径が1～100μmの範囲にあることを特徴とする請求項2に記載の粉体塗料組成物の製造方法。

【請求項 4】

混練および乾燥を行なう際の内容物の温度を-5～50℃の範囲に保つことを特徴とす

る請求項1に記載の粉体塗料組成物の製造方法。

【請求項5】

真空吸引をすることにより乾燥を行うことを特徴とする請求項1に記載の粉体塗料組成物の製造方法。

【請求項6】

請求項1～5のいずれかに記載の粉体塗料組成物の製造方法によって製造される粉体塗料組成物を基材に粉体塗装した後、熱硬化させて得られる塗膜。

【請求項7】

粘着性を備えた結合剤を介してフレーク状顔料を表面に結合させた熱硬化性樹脂粉末を含み、前記粘着性を備えた結合剤は、前記熱硬化性樹脂粉末を溶解しない溶媒に溶解する樹脂であり、前記熱硬化性樹脂粉末を溶解しない溶媒の沸点は、大気圧下で28～130℃の範囲にあり、前記粘着性を備えた結合剤は、数平均分子量が300～2000の範囲にあり、かつ軟化点が30～180℃の範囲にあるオリゴマーである粉体塗料組成物であつて、

10

前記粘着性を備えた結合剤は、テルペン系樹脂、テルペン・フェノール系樹脂、テルペン系水素添加系樹脂からなる群より選ばれる1種以上であることを特徴とする粉体塗料組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

20

本発明は顔料を含んだ粉体塗料組成物とその製造方法およびそれを使用した塗膜に関するものであり、さらに詳しくは、フレーク状顔料を熱硬化性樹脂粉末表面に付着させた新規なメタリック調粉体塗料組成物およびその塗膜に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

粉体塗料は、有機溶剤を使用しない低公害型塗料として、自動車部品、電化製品、家具、工作機械、事務機器、玩具などに需要が増加しつつある。粉体塗料による塗装は低公害型であるとともに、1回の塗装で形成される塗膜が厚く、従来の溶剤型塗料のように何度も重ね塗りする必要があるため、塗装時間を短縮することができる。さらに、塗料中に溶剤を含有しないため、塗膜中にピンホールを発生させることがないなどの利点も有している。

30

【0003】

上記のような特性を有する粉体塗装では、金属フレークなどの金属顔料を含有しない場合には塗膜特性は良好であり、特に問題はない。しかしフレーク状金属顔料を含有する場合は、以下に述べるような問題点がある。

【0004】

従来、粉体塗料でメタリック塗装を行うには、フレーク状顔料を溶融法によりあらかじめ樹脂や着色顔料と十分混練した後、粉碎などにより粉末化するメルトブレンダー法、樹脂粉末とフレーク状顔料を混合して塗装するドライブレンダー法、表面にフレーク状顔料を付着させた樹脂粉末を使用するボンデッド法がある（特開昭51-137725号公報、特開平9-71734号公報、米国特許4,138,511号公報など）。

40

【0005】

メルトブレンダー法においては、混練工程やその後の粉碎などによる樹脂粉末粒度調整工程でフレーク状顔料の変形が生じやすく、塗装後良好なメタリック感が得られない。さらに、フレーク状顔料がアルミニウムフレークの場合には粉碎工程において、アルミニウムの活性な表面が露出し、発火、粉塵爆発などの危険性が高くなる。

【0006】

ドライブレンダー法では、フレーク状顔料の変形は比較的生じがたいが、塗装時に顔料が帯電している必要があるため、アルミニウムフレークなどの金属顔料を用いる場合にはあらかじめ表面に樹脂をコーティングしておかねばならない。また、顔料と樹脂粉末の帯電

50

率が異なるため、塗装時に樹脂粉末と金属顔料の分離現象が生じ、塗膜の意匠性が低下するとともに、粉体塗料の塗布前後で顔料含有率が変化するため塗料を回収して使用すると色調が変化してしまい、塗料のリサイクルが事実上不可能である。

#### 【0007】

ボンデッド法としては、ブラシポリッシャーによりフレーク状顔料を樹脂粉末表面に付着させる方法や、金属フレークで被覆されたアルミニウムナボールなどの分散メディアに樹脂粉末を接触せしめて、樹脂粉末に金属フレークを転写し結合させる方法などがある。これらのボンデッド法では物理的なストレスによりフレーク顔料と樹脂を圧着結合させているため、フレーク状顔料の変形が生じやすく、優れたメタリック感がえられがたい。さらに、結合の強さが弱いため、樹脂粉末同士の結合（ブロッキング）が生じがたいという利点がある反面、樹脂粉末と結合しない遊離のフレーク状顔料の粒子も多く残存する。遊離のフレーク状顔料が多くなれば、付着効率の差から、塗料を回収して使用する場合に樹脂とフレーク状顔料の配合比が変わり、ドライブレンド法と同じく塗料回収後の再使用ができなくなるとともに、アルミニウムフレークなどの金属顔料を用いる場合には発火、粉塵爆発などの危険も高くなる。樹脂粉末とフレーク状顔料の結合力が弱くなるのは、特にフレーク状顔料の粒径が大きい場合に顕著であり、このようなフレーク状顔料の使用によりはじめて達成される優れた光輝感や高い輝度は、これらの方法で得られたボンデッドアルミニウムでは得られにくかった。

#### 【0008】

以上の見地より、リサイクル性に優れ、危険が少ない工程で製造可能で、安全な手法で塗装可能な、塗膜のメタリック感、光輝感、輝度などが改善された、フレーク状顔料を含有する粉体塗料組成物の開発が強く要請されていたが、そのような粉体塗料組成物はまだ開発されるにいたっていない。

#### 【0009】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、リサイクル性に優れ、危険が少なく、塗膜にメタリック感、光輝感、輝度などを与える、フレーク状顔料を含有する粉体塗料組成物およびその塗膜を提供することを主な目的とする。

#### 【0010】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明者は、従来技術の問題点を解決するためには、フレーク状顔料と樹脂粉末との結合性を高め、かつ、樹脂粉末同士の結合を防げばよいことに着目し、鋭意研究を重ねた。その結果、本発明者は、粘着性を備えた結合剤を用いてフレーク状顔料と樹脂粉末とを結合させた粉体塗料組成物により上記の目的を達成できることを見出し、本発明を完成した。

#### 【0011】

すなわち、本発明の粉体塗料組成物は、粘着性を備えた結合剤を介してフレーク状顔料を表面に結合させた熱硬化性樹脂粉末を含む粉体塗料組成物である。

#### 【0012】

ここで、この粘着性を備えた結合剤は、熱硬化性樹脂を溶解しない溶媒に溶解する樹脂であることが好ましい。また、この熱硬化性樹脂を溶解しない溶媒の沸点は、大気圧下で28～130℃の範囲にあることが望ましい。さらに、この粘着性を備えた結合剤は、数平均分子量が300～2000の範囲にあり、かつ軟化点が80～180℃の範囲にあるオリゴマーであることが望ましい。

#### 【0013】

そして、このフレーク状顔料は、アルミニウムフレークであることが好ましい。また、このアルミニウムフレークの平均粒子径は、1～100μmの範囲にあることが望ましい。

#### 【0014】

さらに、本発明は、上記の粉体塗料組成物を基材に粉体塗装した後、熱硬化させて得ら

れる塗膜を含む。

【0015】

また、本発明は、フレーク状顔料と熱硬化性樹脂粉末と熱硬化性樹脂を溶解しない溶媒と粘着性を備えた結合剤とを混練する工程と、混練して得られた内容物を湿潤状態とした後、混練を継続しながら乾燥させる工程とを備えた粉体塗料組成物の製造方法を含む。

【0016】

ここで、上記の場合には、混練および乾燥を行なう際の内容物の温度を $-5 \sim 50^{\circ}\text{C}$ の範囲に保つことが好ましい。そして、上記の場合には、真空吸引をすることにより乾燥を行うことが望ましい。

【0017】

【発明の実施の形態】

本発明の粉体塗料組成物は、表面に粘着性を備えた結合剤を介してフレーク状顔料が結合した熱硬化性樹脂粉末を含有している。

【0018】

本発明の粉体塗料組成物に用いるフレーク状顔料としては、アルミニウム、亜鉛、銅、ブロンズ、ニッケル、チタン、ステンレスなどの金属フレークおよびそれらの合金フレークが挙げられ、これらの顔料の中でもアルミニウムフレークは金属光沢に優れ、安価な上に比重が小さいため扱いやすく、特に好適である。

【0019】

アルミニウムフレークの平均粒径は通常 $1 \sim 100 \mu\text{m}$ 程度が好ましく、より好ましくは $3 \sim 60 \mu\text{m}$ である。平均厚みは通常 $0.01 \sim 5 \mu\text{m}$ 程度が好ましく、より好ましくは $0.02 \sim 2 \mu\text{m}$ である。さらに、平均粒径を平均厚みで割った形状係数が $5 \sim 100$ 程度の範囲のものが特に好ましい。

【0020】

平均粒径が $100 \mu\text{m}$ を超える場合は、フレーク状顔料が塗膜表面に突き出す結果となり、塗面の平滑性あるいは鮮映性が低下する傾向があり、平均粒径が $1 \mu\text{m}$ 未満の場合は、メタリック感あるいは光輝感が低下する傾向がある。また、平均厚みが $5 \mu\text{m}$ を超える場合は、塗面の平滑性あるいは鮮映性が低下する傾向があることに加え、製造コストアップにもつながる場合もあり、平均厚みが $0.01 \mu\text{m}$ 未満の場合は、強度が低下する傾向があるばかりでなく、製造工程中の加工が困難になる場合がある。

【0021】

フレーク状顔料の平均粒径は、レーザー回折法、マイクロメッシュシーブ法、コールターカウンター法などの公知の粒度分布測定法により測定された粒度分布より体積平均を算出して求められる。平均厚みについては、フレーク状金属顔料の隠蔽力と密度より算出される。

【0022】

また、アルミニウムフレークの表面には、磨砕時に添加する磨砕助剤が吸着していてもよい。磨砕助剤としては、たとえば脂肪酸（オレイン酸、ステアリン酸）、脂肪族アミン、脂肪族アミド、脂肪族アルコール、エステル化合物などが挙げられる。これらはアルミニウムフレーク表面の不必要な酸化を抑制し、光沢を改善する効果を有する。

【0023】

なお、磨砕助剤の吸着量は、アルミニウムフレーク $100$ 重量部に対し $2$ 重量部未満であることが好ましい。 $2$ 重量部以上の場合は、表面光沢が低下するおそれがある。

【0024】

フレーク状顔料に多彩な色彩を付与するため、フレーク状顔料の表面に各種着色剤、着色顔料を付着させることができる。その着色剤、着色顔料としては、たとえばキナクリドン、ジケトピロロピロール、イソインドリノン、インダンスロン、ペリレン、ペリノン、アントラキノン、ジオキサジン、ベンゾイミダゾロン、トリフェニルメタンキノフタロン、アントラピリミジン、黄鉛、パールマイカ、透明パールマイカ、着色マイカ、干渉マイカ、フタロシアニン、ハロゲン化フタロシアニン、アゾ顔料（アゾメチン金属錯体、縮合

10

20

30

40

50

アゾなど) 酸化チタン、カーボンブラック、酸化鉄、銅フタロシアニン、縮合多環類顔料、などが挙げられる。

#### 【0025】

フレーク状顔料に着色顔料を付着させる方法は特に限定されないが、分散剤で着色顔料を被覆した後、非極性溶媒中でフレーク状顔料と攪拌混合することにより、当該フレーク状顔料に付着させる方法が好ましい。

#### 【0026】

前記分散剤としては、たとえば、安息香酸、安息香酸ビニル、サリチル酸、アントラニル酸、*m*-アミノ安息香酸、*p*-アミノ安息香酸、3-アミノ-4-メチル安息香酸、3, 4-ジアミノ安息香酸、*p*-アミノサリチル酸、1-ナフトエ酸、2-ナフトエ酸、ナフテン酸、3-アミノ-2-ナフトエ酸、ケイ皮酸、アミノケイ皮酸等の芳香族カルボン酸；エチレンジアミン、トリメチレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ペンタメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、1, 7-ジアミノヘプタン、1, 8-ジアミノオクタン、1, 10-ジアミノデカン、1, 12-ジアミノドデカン、*o*-フェニレンジアミン、*m*-フェニレンジアミン、*p*-フェニレンジアミン、1, 8-ジアミノナフタレン、1, 2-ジアミノシクロヘキサン、ステアリルプロピレンジアミン、*N*-β-(アミノエチル)-γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、*N*-β-(アミノエチル)-γ-アミノプロピルメチルジメトキシシランなどのアミノ化合物；アルミニウムもしくはチタニウムキレート化合物などが使用される。

#### 【0027】

同じく、フレーク状顔料に多彩な色彩を付与するため、フレーク状顔料の表面に干渉膜などを形成することができる。その方法としては、特に限定はされないが、たとえば、金属フレークの個々の粒子表面に光干渉性酸化皮膜を形成するには、酸素量をコントロールした雰囲気中で金属フレークを300~700℃程度に加熱することにより、表面に空気酸化皮膜を形成する方法、あるいは遷移金属などの酸化物の前駆体でフレーク状金属顔料を被覆し加熱分解する方法などが好ましい。

#### 【0028】

また、フレーク状顔料に耐薬品性、耐水性あるいは耐候性を付与するため、フレーク状顔料の表面に樹脂層を形成することもできる。その方法としては、特に限定はされないが、金属フレークを有機溶媒中に分散したスラリーに重合性モノマーを添加し、不活性ガス雰囲気中で加熱しながらアゾビスイソブチロニトリル、過酸化ベンゾイルなどの重合開始剤を添加することにより、モノマーを重合させ金属フレーク表面に重合体を析出させる方法などが好ましい。

#### 【0029】

前記重合性モノマーとしては、たとえば、アクリル酸、メタクリル酸、メタクリル酸メチル、アクリル酸ブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸ステアリル、アクリル酸シクロヘキシル、アクリル酸2-ヒドロキシエチル、アクリル酸2-ヒドロキシブチル、アクリル酸2-メトキシエチル、アクリル酸2-ジエチルアミノエチル、メタクリル酸ブチル、メタクリル酸オクチル、1, 4-ブタンジオールジアクリレート、1, 6-ヘキサジオールジアクリレート、1, 9-ノナンジオールジアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、トリプロピレングリコールジアクリレート、テトラエチレングリコールジアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、テトラメチロールメタンテトラアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、トリスアクリロキシエチルホスフェート、ジトリメチロールプロパントテトラアクリレート、スチレン、*α*-メチルスチレン、ビニルトルエン、ジビニルベンゼン、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、マレイン酸、クロトン酸、イタコン酸、ポリブタジエン、アマニ油、大豆油、エポキシ化大豆油、エポキシ化ポリブタジエン、シクロヘキセンビニルモノオキサイド、ジビニルベンゼンモノオキサイド、などが使用可能である。

#### 【0030】

また、フレーク状顔料として、マイカ、表面着色マイカ、ガラスフレーク、表面着色ガラスフレーク、パールなどを単独であるいは前記金属フレークとあわせて用いてもよい。

【0031】

粘着性を備えた結合剤は、溶媒に溶解させて使用するのが好ましいため、溶媒に完全に溶解すること、溶媒に溶解させたときの粘度が低いこと、さらにブロッキング抑制の必要性から溶媒が除去されれば粘着性を失うこと、などの特性を有することが好ましい。

【0032】

このような特性を有する粘着性を備えた結合剤としては、たとえば、数平均分子量および軟化点の値がともに特定の範囲にあるオリゴマーを主要な成分として含む樹脂などが挙げられる。

10

【0033】

ここで、上記の数平均分子量は、300以上であることが好ましく、特に400以上であることがより好ましい。また、この数平均分子量は、2000以下であることが好ましく、特に1500以下であることが好ましい。この数平均分子量が300未満の場合には、常温で液状となりボンディングされた熱硬化性粉体塗料樹脂どうしがブロッキングを起こし不具合となる傾向があり、この数平均分子量が2000を超えると、溶媒に溶解した時の溶液粘度が上昇しボンディング対象である熱硬化性粉体塗料樹脂に均一に浸透、分散し難い傾向がある。

【0034】

また、上記の軟化点は、30℃以上であることが好ましく、特に80℃以上であることがより好ましい。また、この軟化点は、180℃以下であることが好ましく、特に150℃以下であることがより好ましい。この軟化点が30℃未満の場合には、常温で粘着結合性を生じ、ボンディングされた熱硬化性粉体塗料樹脂どうしがブロッキングを起こし不具合となる傾向があり、この軟化点が180℃を超えると、数平均分子量の場合と同じく溶媒に溶解した時の溶液粘度が上昇しボンディング対象である熱硬化性粉体塗料樹脂に均一に浸透、分散し難い傾向がある。

20

【0035】

たとえば、クロマン・インデン系樹脂、テルペン系樹脂、テルペン・フェノール系樹脂、芳香族炭化水素変性テルペン系樹脂、ロジン系樹脂、水素添加ロジンエステル系樹脂、ロジン変性フェノール系樹脂、アルキルフェノール系樹脂などの天然樹脂系の粘着性を備えた結合剤や、アルキルフェノール・アセチレン系樹脂、アルキルフェノール・ホルムアルデヒド系樹脂、フチレン系樹脂、脂肪族系石油樹脂、脂環族系石油樹脂、共重合系石油樹脂、芳香族系石油樹脂、キシレン系樹脂、キシレン・ホルムアルデヒド系樹脂などの合成樹脂系の粘着性を備えた結合剤や、ポリブテン、液状系ゴムなどのオリゴマー系粘着付与剤などが挙げられる。その他、各種ゴム材料、油脂などが粘着性を備えた結合剤として好適に使用可能である。そのなかでも、特に好適に使用可能な粘着性を備えた結合剤として、変性ロジンエステル系樹脂、テルペン系水素添加系樹脂、ポリオレフィン系樹脂、などが挙げられる。

30

【0036】

熱硬化性樹脂粉末としては、大別してアクリル樹脂系とポリエステル樹脂系が挙げられ、それ以外にも、アルキド樹脂系、尿素樹脂系、メラミン樹脂系、フェノール樹脂系、エポナイト系なども挙げられる。ポリエステル樹脂系の中にはエポキシ樹脂で硬化させるもの、イソシアネートで硬化させるもの（ウレタン系）、ブリミドで硬化させるもの（ブリミド系）などがあり、本発明ではこれら熱硬化性樹脂のうち、少なくとも1種を用いるのが望ましい。

40

【0037】

これらの熱硬化性樹脂粉末には必要に応じて、硬化剤、分散剤などを添加してもよい。硬化剤としては特に限定されず、公知のものまたは市販品を使用することができ、たとえばアミン、ポリアミド、ジシアングリアミド類、イミダゾール類、カルボン酸ジヒドライド、酸無水物、ポリスルフィド、三フッ化ボウ素、アミノ樹脂、トリグリシジルイソシアヌ

50

レート、トリスエポキシプロピルイソシアヌレート、ブリミド、エポキシ樹脂、その他の二塩基酸類、イミダゾリン類、ヒドラジド類、イソシアネート化合物などを用いることが望ましい。また適宜硬化促進剤を併用することができる。分散剤としては特に限定されず、公知のものまたは市販品を使用することができ、たとえばリン酸エステル類、アミン類、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル類などの公知の界面活性剤などを用いることが好ましい。

#### 【0038】

また、キナクリドン、ジケトピロロピロール、イソインドリノン、インダンスロン、ペリレン、ペリノン、アントラキノン、ジオキサジン、ベンゾイミダゾロン、トリフェニルメタンキノフタロン、アントラピリミジン、黄鉛、パールマイカ、透明パールマイカ、着色マイカ、干渉マイカ、フタロシアニン、ハロゲン化フタロシアニン、アゾ顔料（アゾメチン金属錯体、縮合アゾなど）酸化チタン、カーボンブラック、酸化鉄、銅フタロシアニン、縮合多環顔料などの各種着色剤が、熱硬化性樹脂粉末に含有されていてもよい。これらの着色剤を含有させることにより、より鮮やかなメタリック塗装塗膜を得ることが可能となる。これらの着色剤の配合量はその種類によって異なるが、本発明のフレーク状顔料の特徴が生かされ、かつ塗膜表面の平滑性あるいは鮮映性が損なわれない範囲に設定することが望ましい。

#### 【0039】

前記以外にも、必要に応じてベントナイト、アルミニウムナホワイト、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、タルクなどの各種充填剤、シリカ、アルミニウムナ、水酸化アルミニウムなどの各種流動性調整剤、アクリルオリゴマー、シリコーンなどの各種流展剤、ベンゾインなどの各種発泡防止剤、更には、ワックス類、カップリング剤、酸化防止剤、磁性粉、安定剤、紫外線吸収剤、レベリング剤、増粘剤、沈降防止剤などをはじめとする各種添加剤および各種機能性材料が、熱硬化性樹脂粉末に含有されていてもよい。

#### 【0040】

熱硬化性樹脂粉末の平均粒径は特に限定されないが、通常5～100 $\mu\text{m}$ 程度が好ましく、特に好ましくは15～60 $\mu\text{m}$ である。平均粒径が5 $\mu\text{m}$ 未満では、顔料と均一に混合することが困難になるとともに、凝集性が高くなり粉体塗装の際に均一に粉塵化できない場合がある。100 $\mu\text{m}$ を超える場合には、塗膜表面の平滑性が阻害され、良好な外観が得られないおそれがある。

#### 【0041】

前記の熱硬化性樹脂粉末を製造するには、たとえば、樹脂、硬化剤、および必要に応じて添加する充填剤などの原材料組成物を用意し、これをまずミキサー、ブレンダーなどを用いてドライブレンドする。混合後、ニーダーにより原材料を溶融混練し、冷却する。次に、機械または気流式の粉碎機を用いて冷却済みの溶融混練物を粉碎し、その後、気流式分級機により分級して、熱硬化性樹脂粉末を得ることができる。この方法以外にもスプレードライ法や重合法によっても熱硬化性樹脂粉末を製造することができる。

#### 【0042】

前記の方法によって得られた熱硬化性樹脂粉末表面に、粘着性を備えた結合剤によってフレーク状顔料を結合させる方法については特に限定されず、たとえば以下の方法で行うことができる。

#### 【0043】

すなわち、あらかじめ均一に混合した樹脂粉末とフレーク状顔料に、溶媒に溶解した粘着性を備えた結合剤を添加し混練する。溶媒が蒸発し全体が粉体化するまで混練を継続し、完全に溶媒を除去した後、気流式分級機（スクリーン）により分級してメタリック塗装用粉体塗料組成物を得る。混練しながら溶媒を蒸発除去し、乾燥することにより、フレーク状顔料と樹脂粉末の結合力を高めると同時に樹脂粉末同士のブロックングを抑制することができる。なお、溶媒を蒸発除去し、乾燥する際には真空吸引を行うのがより好ましい。

#### 【0044】



この乾燥を含めた混練工程においては内容物の温度を $-5^{\circ}\text{C}$ 以上に保つことが好ましく、特に $0^{\circ}\text{C}$ 以上に保つことがより好ましい。また、この温度は $50^{\circ}\text{C}$ 以下に保つことが好ましく、特に $35^{\circ}\text{C}$ 以下に保つことがより好ましい。この温度が $50^{\circ}\text{C}$ を超えれば、結合剤を介して熱硬化性樹脂粉体どうしの結合が促進されブロッキングを生じる可能性がある。この場合、ジェットミルなどの物理的粉砕方法で凝集粒子を解砕することも可能ではあるが、その作業に伴いフレーク状顔料粒子の熱硬化性樹脂粉体からの剥離、ひいては粒子自体の破壊を引き起こし本来の目的に反する可能性が高い。また、この温度が $-5^{\circ}\text{C}$ 未満の場合には、乾燥に長時間を必要とするため実用的でない。

#### 【0045】

フレーク状顔料と樹脂粉末の均一混合工程とそれに続く粘着性を備えた結合剤の混練・乾燥工程を真空ニーダーミキサーなどの同一装置内で連続的に行うことも可能であるが、生産性向上のために均一混合工程と結合剤の混練・乾燥工程を分離して行うこともできる。その場合には混合機として常圧ニーダーミキサー、2軸スクリー型混練機、ヘンシェルミキサー、スーパーミキサーなどの高速ミキサー、ブレンダーなどが使用でき、混練・乾燥機としては振動乾燥機、連続式流動乾燥機などが使用できる。

#### 【0046】

あらかじめ溶媒に溶解した粘着性を備えた結合剤にフレーク状顔料を分散させたものを、樹脂粉末に添加し、混合攪拌しながら、溶媒を蒸発させてもよい。

#### 【0047】

粘着性を備えた結合剤を溶解する溶媒は特に限定されるものではないが、樹脂粉末を溶解、膨潤させないことが必要であり、低沸点であることが望ましい。一般に粉体塗装用の熱硬化性樹脂粉体は $50^{\circ}\text{C} \sim 80^{\circ}\text{C}$ で溶解するので、熱硬化性樹脂粉体の溶解温度未満で留去できる低沸点溶媒が好ましい。さらに、真空下の混練乾燥温度として好ましい温度である、 $-5 \sim 50^{\circ}\text{C}$ の範囲、より好ましくは $0 \sim 35^{\circ}\text{C}$ の範囲の温度で完全除去できることが特に望まれる。

#### 【0048】

この要望に合致する溶媒としては、常圧下に於ける沸点が特定の範囲にある溶媒が好ましい。ここで、この沸点の温度は、 $28^{\circ}\text{C}$ 以上であることが好ましく、特に $60^{\circ}\text{C}$ 以上であることがより好ましい。また、この沸点の温度は、 $130^{\circ}\text{C}$ 以下であることが好ましく、特に $110^{\circ}\text{C}$ 以下であることがより好ましい。

#### 【0049】

この溶媒の沸点の温度が $130^{\circ}\text{C}$ を超えると、真空下でも $50^{\circ}\text{C}$ を超える温度での乾燥が必要となり、粒子どうしのブロッキングが生じる傾向がある。逆に、この沸点の温度が $28^{\circ}\text{C}$ 未満の場合には、溶媒の引火点も低下するので安全性の面で問題を生じる傾向がある。

#### 【0050】

このような溶媒としては、たとえば、ペンタン、ヘキサン、ヘプタン、オクタンなどのアルカン類、イソペンタン、イソヘキサン、イソヘプタン、イソオクタンなどのイソパラフィン類、メタノール、エタノール、などのアルコール類、四塩化炭素などの有機ハロゲン化合物類などのほか、水なども挙げられる。

#### 【0051】

樹脂粉末と混合されるフレーク状顔料は、樹脂粉末100重量部あたり通常1~40重量部程度、特に2~20重量部となるように配合すればよい。フレーク状顔料が1重量部未満では十分なメタリック感および光輝感が得られないおそれがある。また、基材を隠蔽するために塗膜厚を大きくする必要がある。40重量部を超える場合には、製造コストアップになるとともに、塗膜の平滑性が失われ、外観が悪くなる。

#### 【0052】

添加する粘着性を備えた結合剤の量は得られる粉体塗料組成物に対し0.1~5%が好ましい。0.1%未満であれば結合が不十分で遊離のフレーク状顔料が多く残存し、5%を超えるとブロッキングが著しい。

## 【0053】

結合剤を溶解する溶媒の量は特に限定されるものではないが混合湿粉（樹脂粉末＋フレーク状顔料＋粘着性を備えた結合剤＋溶媒）の2～50%が好ましく、2～15%がさらに好ましい。2%未満では結合剤溶液を樹脂粉末およびフレーク顔料全体と均一に混合することが困難である。15%を越えるとややブロッキングが生じ、50%を越えると流動性を帯びたスラリーとなり、乾燥が困難となる。

## 【0054】

本発明の粉体塗料組成物を塗装する方法としては、あらかじめ塗装表面をブラスト処理後、化成処理などの公知の処理を施した上で粉体塗料組成物を付着させ、その後加熱硬化させることが好ましい。

10

## 【0055】

被塗装材（基材）としては特に制限されないが、焼付けにより変形、変質などが発生しないものが好ましい。たとえば、公知の鉄、銅、アルミニウム、チタンなどの金属および各種合金などが好ましいものとして挙げられる。具体的な形態としては、たとえば車体、事務用品、家庭用品、スポーツ用品、建築材料、電気製品などに利用される。

## 【0056】

本発明の粉体塗料組成物を基材表面に付着させる方法としては、流動浸漬法、静電粉体塗装法が適用できるが、静電粉体塗装法が塗着効率に優れ、より好ましい。静電粉体塗装の方法には、コロナ放電方式、摩擦帯電方式などの公知の方法を用いることができる。

## 【0057】

加熱温度は用いる熱硬化性樹脂粉末の種類に応じて適宜設定できるが、通常は120℃以上、好ましくは150～230℃とすればよい。加熱時間は加熱温度に応じて適宜選択することができるが、一般的には1分間以上、好ましくは5～30分間とすればよい。加熱により形成された塗膜は、限定的ではないが、通常20～100μm程度である。

20

## 【0058】

本発明においては、塗膜の輝度感を評価パラメータ $\beta/\alpha$ を用いて評価している。フレーク顔料としてアルミニウムフレークを使用し、着色顔料などを含まないシルバーメタリック調塗膜の場合には、 $\beta/\alpha \geq 1.10$ が望ましい。この評価パラメータ、すなわち $\beta/\alpha$ は次の式（1）

$$\text{式（1）：} L = [\beta / (\theta^2 + \alpha)] + \gamma$$

30

（ここでLは分光光度計（商品名「X-Rite MA68」X-Rite社製）を用いて観測角 $\theta$ で測色した明度指数（ $L^* a^* b^*$ 測色系（CIEが1976年に定めた均等色空間にもとづく表色系））、 $\theta$ は観測角、 $\alpha$ 、 $\beta$ および $\gamma$ は定数である。）

から導かれるものである。式（1）の第1項目は、観測角 $\theta$ に依存するメタリック特有の指向性散乱に対応し、第2項目は、観測角 $\theta$ に依存しない等方性散乱に対応するものである。視覚輝度は指向性散乱の正反射位置（ $\theta = 0$ ）でのL値、すなわち $\beta/\alpha$ に良く関連するため、 $\beta/\alpha$ を輝度感の評価パラメータとして使用している。

## 【0059】

$\beta/\alpha$ の算出に関しては、まず $\alpha$ 、 $\beta$ および $\gamma$ を決定する必要がある。本発明では、まず観測角 $\theta$ が15度、25度、45度、75度、および110度における実測L値を測定し、それら $\theta$ およびL値の関係が式（1）に従うものと仮定して、最小二乗法で $\alpha$ 、 $\beta$ および $\gamma$ を決定する。

40

## 【0060】

後述の実施例3および比較例2の塗膜について前記のようにL値を測定した結果を示した図1を用いて説明すると、図1に示すように、式（1）が描く曲線において、できるだけ実測値がこの曲線上を通るような $\alpha$ 、 $\beta$ および $\gamma$ を求める。そのために、 $\alpha$ 、 $\beta$ および $\gamma$ に化数を代入して、計算値と実測L値の残差平方和が最小となるような $\alpha$ 、 $\beta$ および $\gamma$ の解をソルバーで決定するという操作を行う。

## 【0061】

<実施例>

50

以下、本発明の実施例および比較例を示し、本発明の特徴を一層明確にする。ただし、本発明は実施例の記載範囲に限定されるものではない。

【0062】

<実施例1>

真空吸引機能及び加熱乾燥機能を備えた内容量10Lの逆円錐型リボンミキサー（株式会社 大川原製作所製、RM-10VD）に東洋アルミニウム株式会社製、粉体塗装用アルミニウム粉（PCF7640、D50=19 $\mu$ m；D50は平均粒子径であり、試料約0.1gを0.5% Triton X（UNION CARBIDE社製、界面活性剤）水溶液5gに分散させたものを、溶媒に水を使用しHoneywell社製、Microtrac 9320 X-200に滴下し、超音波で分散（40W10秒）した後、測定した値である。）665gを挿入し、さらにポリエステル系樹脂粉末（久保孝ペイント株式会社製 Teodur PE 785-900 D50=約49 $\mu$ m）7000gを加え10分間攪拌混合した。

【0063】

次いで、粘着性を備えた結合剤としてテルペン系水素添加樹脂（ヤスハラケミカル株式会社製、クリアロンP-105、数平均分子量650、軟化点105℃）105gをヘプタン（沸点98.4℃）350gに溶解させて結合剤溶液とし、前述のアルミニウム粉と樹脂粉末混合物に添加し20分間攪拌し均一な湿粉状態とした。その後、内容物の温度を20℃に保持しつつ30分間真空吸引乾燥し、得られた樹脂粉体を100 $\mu$ mスクリーンに通し、ボンデッドアルミニウム7600gを得た。

【0064】

<実施例2>

東洋アルミニウム株式会社製、粉体塗装用アルミニウム粉（PCF1401、D50=60 $\mu$ m）8.6gとポリエステル系樹脂粉末（久保孝ペイント株式会社製、Teodur PE 785-900 D50=約49 $\mu$ m）108.3gを1リットルPPカップ中でよく混合した。

【0065】

粘着性を備えた結合剤としてテルペン系水素添加系樹脂（ヤスハラケミカル株式会社製、クリアロンP-105、数平均分子量650、軟化点105℃）3.1gをヘプタン31.3gに溶解させ結合剤溶液とし、アルミニウム粉と樹脂粉末混合物に添加し、よく混合攪拌しながら、ときどき40℃の水浴で加温し、ヘプタンを蒸発させた。湿潤粉が乾粉に近くなったらサスプラスコに移し、ロータリーエバポレーターで真空下40℃で20分乾燥させ、ヘプタンを完全に蒸発させた。得られた樹脂粉体を100 $\mu$ mスクリーンに通し、ボンデッドアルミニウム113.6gを得た。

【0066】

<実施例3>

東洋アルミニウム株式会社製、粉体塗装用アルミニウム粉（PCF1440A、D50=34 $\mu$ m）を用いて実施例2と同様の操作でボンデッドアルミニウムを得た。

【0067】

<実施例4>

東洋アルミニウム株式会社製、粉体塗装用アルミニウム粉（PCF7640、D50=19 $\mu$ m）を用いて実施例2と同様の操作でボンデッドアルミニウムを得た。

【0068】

<実施例5>

東洋アルミニウム株式会社製アルペースト（0670TS、D50=4 $\mu$ m）をヘプタンで溶媒置換し、不揮発成分66.8%のペーストを調製した。粘着性を備えた結合剤（P-105）1.8gをヘプタン13.4gに溶解させ結合剤溶液とした後、調製ペースト2.7gを分散させた。樹脂粉末（Teodur PE 785-900）116.4gにアルミニウム分散液を添加し、よく混合した。実施例1と同じ手順で乾燥させ、スクリーンを通し、ボンデッドアルミニウム113.4gを得た。収率は94.5%であった

【0069】

&lt;比較例6&gt;

結合剤を溶解する溶媒として沸点が173～189℃の範囲にあるイソパラフィン溶剤（日本石油化学株式会社製、アイソゾール300）を使用した以外は実施例4と同様の操作でボンデッドアルミニウムを得た。

実施例1～5および比較例6における組成物の配合および収率（%）を表1に示す。ここで収率（%）とは、全仕込量（固形分）に対するスクリーンを通過したボンデッドアルミニウム量（重量%）を言い、収率が高いほど樹脂粉末同士のブロッキング（付着）の程度が低く優れていることを示す。

【0070】

【表1】

表1 実施例1～5および比較例6のボンデッドアルミニウム作製の際の配合量など

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	比較例6
アルミニウムフレーク	品種	PCF7640	PCF1401	PCF1440A	PCF7640	0670TS	PCF7640
	D50(μm)	19	60	34	19	4	19
	仕込量(g)	665	8.6	10.2	10.2	2.7	10.2
樹脂粉末	樹脂種	ホ'リエステル	ホ'リエステル	ホ'リエステル	ホ'リエステル	ホ'リエステル	ホ'リエステル
	仕込量(g)	7000	108.3	106.8	107.4	116.4	107.4
粘着付与剤	品種	P-105	P-105	P-105	P-105	P-105	P-105
	仕込量(g)	105	3.1	3	2.4	1.8	2.4
溶媒	品種	ヘブタン	ヘブタン	ヘブタン	ヘブタン	ヘブタン	アイソゾール300
	仕込量(g)	350	31.3	51.8	51.4	13.4	51.4
収率(%)		97.8	94.7	93.1	90.0	94.5	79.0

【0071】

&lt;比較例1&gt;

アルミニウム粉（PCF1401）にヘブタンを添加し、ペースト（不揮発成分90%）とした。内径140mm、長さ160mmのドラムにφ2mmのアルミニウムナボール1kgを充填し、調製したペースト8.5gを加え、75rpmで10分間ドラムを回転させ、アルミニウムナボール表面にアルミニウムペーストを付着させた。樹脂粉末（Teodur PE 785-900）100.0gを加え、さらに30分間回転させ、アルミニウムフレークを樹脂粉末表面に圧着転写した。スクリーンでボールと樹脂粉末を分離し、塗料をナスフラスコに移し、ロータリーエバポレーターで真空下40℃で20分乾燥させヘブタンを完全に蒸発させた。得られた樹脂粉末を100μmスクリーンに通し、ボンデッドアルミニウム96.6gを得た。

【0072】

&lt;比較例2&gt;

アルミニウム粉（PCF1440A）を用いて比較例1と同様の操作でボンデッドアルミニウムを得た。

【0073】

&lt;比較例3&gt;

アルミニウム粉（PCF7640）を用いて比較例1と同様の操作でボンデッドアルミニウムを得た。

【0074】

&lt;比較例4&gt;

東洋アルミニウム株式会社製アルペースト（0670TS D50＝4 $\mu$ m）をヘプタンで溶媒置換し、不揮発成分66.8%のペーストを調製した。その後は比較例1と同様にしてボンデッドアルミニウムを得た。

【0075】

比較例1～4における組成物の配合および収率（%）を表2に示す。

【0076】

【表2】

表2 比較例1～4のボンデッドアルミニウム作成の際の配合量など

		比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
7μmアルミフレーク	品種	PCF1401	PCF1440A	PCF7640	0670TS
	D50(μm)	60	34	19	4
	不揮発成分(%)	89.5	89.8	89.2	66.8
	仕込量(g)	8.5	10.2	10.4	2.3
樹脂粉末	樹脂種	ポリエステル	ポリエステル	ポリエステル	ポリエステル
	仕込量(g)	100	100	100	100
収率(%)		89.7	85.3	92.7	90.3

【0077】

比較例に記載された従来の圧着法は比較的ブロッキングが生じない方法であるが、粘着性を備えた結合剤を用いる本発明でもブロッキングは同程度以下に抑制されている。

【0078】

<評価結果>

以下に本発明の効果を示すが、それに際して比較すべき実施例と比較例の組み合わせ、および各例におけるボンデッドアルミニウムのアルミニウム含量（重量%）分析結果を表3にまとめた。

【0079】

【表3】

表3 アルミニウム含量分析結果

7μmアルミフレークのD50(μm)	実施例	アルミニウム含量(%)	比較例	アルミニウム含量(%)
19	実施例1	7.4		
60	実施例2	6.4	比較例1	6.6
34	実施例3	6.5	比較例2	6.9
19	実施例4	7.3	比較例3	7.5
4	実施例5	1.5	比較例4	1.5
19			比較例6	7.5

【0080】

図2Aおよび図2E～図9Aおよび図9Bにそれぞれ（実施例2および比較例1）～（実施例5および比較例4）のボンデッドアルミニウムサンプルの電子顕微鏡写真（200～300倍および1000倍）を、図10Aおよび図10B～図14Aおよび図14Bにそれぞれ実施例1および比較例6および実施例7～実施例8および比較例9のボンデッドアルミニウムサンプルの電子顕微鏡写真（300倍および1000～2000倍）を示す。

## 【0081】

一般に、フレーク状顔料の粒径が大きくなるにつれ、フレーク状顔料と樹脂粉末との結合は困難になる傾向がある。しかし、本発明においては図2Aおよび図2B～図14Aおよび図14Bの写真から明らかなように、アルミニウムフレークと樹脂粉末はアルミニウムフレークの粒径にかかわらずほぼ結合しており、比較例で示された従来の圧着法のような遊離アルミニウムフレークはほとんど観察されない。

## 【0082】

ここで、それぞれの写真において、塊状に見えるものが樹脂粉末であり、鱗片状に見えるものがアルミニウムフレークである。アルミニウムフレークのうち、樹脂粉末から離れて見えるものが、遊離のアルミニウムフレークである。

10

## 【0083】

図2Aの写真および図4Aの写真を、図6Aの写真および図8Aの写真と比較すると、粒径が大きくなるにつれアルミニウムフレークと樹脂粉末の結合が困難になる傾向は本発明においても若干認められる。

## 【0084】

しかし、図2Aの写真と図2Bの写真について、および、図4Aの写真と図4Bの写真について、それぞれ比較すれば、アルミニウムフレークの粒径が大きい場合でも、本発明においては遊離アルミニウムフレーク顔料は極端に少なく、従来法との差は明らかである。

## 【0085】

また、図3Aの写真と図3Bの写真について、および、図5Aの写真と図5Bの写真について比較すると、アルミニウムフレーク顔料の粒径が大きい場合には、本発明のアルミニウムフレークの樹脂粉末に対する付着状況が、従来法に比べて顕著に強固であることがわかる。

20

## 【0086】

また、図6Aの写真と図6Bの写真を比較し、図8Aの写真と図8Bの写真を比較すると、アルミニウムフレークの粒径が極端に小さい場合には、従来の圧着法でも遊離のアルミニウムフレークは観察されないことがわかる。

## 【0087】

しかし、図7Aの写真と図7Bの写真を比較し、図9Aの写真と図9Bの写真を比較するとわかるように、表面を拡大してみると本発明の方はアルミニウムフレークが樹脂粉末表面にピッタリと密着して強固に結合している。よって、アルミニウムフレーク顔料の粒径が極端に小さい場合にも、本発明のアルミニウムフレークの樹脂粉末に対する付着状況は、従来法に比べて強固であることがわかる。

30

## 【0088】

また、高い沸点の溶媒を使用した比較例6を示す図11Aの写真および図11Bの写真では、アルミニウムフレークの付着は強固であるが、ブロッキングが少々生じているのが観察される。

## 【0089】

電子顕微鏡観察の結果を表4、5にまとめた。表4は、走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて、各実施例、比較例につき10以上の視野を観察し、遊離のアルミニウムフレークがほとんど観察されないものを◎、少し観察されるものを○、多く観察されるものを△、非常に多く観察されるものを×とした結果をまとめたものである。

40

## 【0090】

表5は、アルミニウムフレークと樹脂粉末のブロッキング状態をまとめたものであり、ブロッキングがほとんど観察されないものを◎、少し観察されるものを○、多く観察されるものを△、非常に多く観察されるものを×とした結果をまとめたものである。

## 【0091】

## 【表4】

表4 アルミニウムフレークと樹脂粉末の結合状態の比較結果

アルミニウムフレークのD50( $\mu\text{m}$ )	実施例	電子顕微鏡観察結果	比較例	電子顕微鏡観察結果
19	実施例1	◎		
60	実施例2	○	比較例1	×
34	実施例3	◎	比較例2	×
19	実施例4	◎	比較例3	△
4	実施例5	◎	比較例4	◎
19			比較例6	◎

10

【0092】

【表5】

表5 アルミニウムフレークと樹脂粉末のブロッキング状態の比較結果

アルミニウムフレークのD50( $\mu\text{m}$ )	実施例	電子顕微鏡観察結果	比較例	電子顕微鏡観察結果
19	実施例1	◎		
60	実施例2	○	比較例1	○
34	実施例3	◎	比較例2	◎
19	実施例4	◎	比較例3	◎
4	実施例5	◎	比較例4	◎
19			比較例6	△

20

【0093】

表3により、対比すべきサンプルはほぼ同じアルミニウム含量であることから、以下の塗膜の性状比較は本発明による効果の比較とみなすことができる。

30

【0094】

実施例1～5および比較例6、比較例1～4のボンデッドアルミニウムをコロナ放電式静電粉体塗装機（商品名「MXR-100VT-mini」松尾産業株式会社製）を用いて印加電圧80kVで塗装した。その後190℃で20分間焼き付けることにより塗板を作成した。塗膜の輝度感 $\beta/\alpha$ を表6に、塗膜中のキラキラした粒子が見える感じ（粒子感：目視による官能評価）を表7に示す。この観察結果は、目視にて、各実施例、比較例を観察し、粒子感の非常に強いものを◎、粒子感の強いものを○、粒子感が弱いものを△、粒子感がほとんど感じられないものを×とした結果をまとめたものである。

【0095】

【表6】

40

表6 塗板の輝度 ( $\beta/\alpha$ ) の比較結果

7μmニウムフレークのD50 (μm)	実施例	輝度	比較例	輝度
19	実施例1	149.3		
60	実施例2	120.1	比較例1	60.4
34	実施例3	160.1	比較例2	124.2
19	実施例4	148.8	比較例3	127.2
4	実施例5	190.4	比較例4	124.8
19			比較例6	135.2

10

【0096】

【表7】

表7 塗板の粒子感の比較結果

7μmニウムフレークのD50 (μm)	実施例	目視官能評価	比較例	目視官能評価
19	実施例1	△		
60	実施例2	◎	比較例1	○
34	実施例3	◎	比較例2	○
19	実施例4	△	比較例3	×
4	実施例5	×	比較例4	×
19			比較例6	△

20

【0097】

表6および表7より、本発明で製造したボンデッドアルミニウムを用いた塗板の方が、輝度が高く粒子感も高いことがわかる。なお、表6の実施例においてD50 = 4 μmの実施例に粒子感が見られないのは粒径が小さいためであって、樹脂粉末とアルミニウムフレーク顔料の結合が不完全であったためではない。

30

【0098】

&lt;実施例7&gt;

樹脂粉末としてアクリル系樹脂粉末（久保孝ペイント株式会社製Teodur AC793-11、）を使用した以外は実施例4と同様の配合および操作でボンデッドアルミニウムを得た。収率は83.9%であった。

【0099】

&lt;実施例8&gt;

粘着性を備えた結合剤として脂肪族飽和炭化水素樹脂（荒川化学工業株式会社製アルコンM-100、数平均分子量600、軟化点100℃）を使用した以外は実施例4と同様の配合および操作でボンデッドアルミニウムを得た。収率は91.5%であった。

40

【0100】

&lt;比較例9&gt;

ポリビニルアルコール（ケン化率80%、重合度2000、数平均分子量80000）1.9gを水30.0gに溶解させ結合剤溶液とした。アルミニウム粉（PCF7640）9.5gと樹脂粉末（Teodur PE785-900）108.8gをよく混合した後、調製した結合剤溶液を添加した。実施例2と同じ手順で乾燥させ、ボンデッドアルミニウムを得た。収率は79.3%であった。

50



## 【0101】

実施例7～8および比較例9で得られたボンデッドアルミニウムを電子顕微鏡で観察した結果を、図12A～図14Bの写真に示す。図12Aの写真、図13Aの写真、図14Aの写真を見ても、遊離アルミニウムフレーク顔料は観察されない。また、図12Bの写真、図13Bの写真、図14Bの写真においても、いずれの試料もほぼ完全にアルミニウムフレーク顔料が樹脂粉末に付着しているのが観察される。このように本発明の効果は粘着性を備えた結合剤の種類、樹脂粉末の種類、溶媒種などにほとんど制限されずに現れることがわかる。

## 【0102】

今回開示された実施の形態および実施例はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

## 【0103】

## ＜産業上の利用可能性＞

前記の実施例で明らかなように、本発明では樹脂粉末表面に粘着性を備えた結合剤を介してフレーク状顔料を強い外力を与えることなく確実に結合させるため、フレーク状顔料の変形と色調の低下が少ない安定した品質の粉体塗料組成物を得ることができる。また、本発明の粉体塗料組成物を用いて塗装を行えば、表面の平滑性、メタリック感、光輝感、輝度などに優れた塗膜を得ることができる。

## 【0104】

また、本発明の粉体塗料組成物は、塗装時に樹脂粉末とフレーク状顔料の分離現象が生じないため、塗膜の意匠性の低下も防ぐことができるとともに、リサイクル性にも優れている。

## 【0105】

さらに、本発明の粉体塗料組成物は、アルミニウムフレークを含まない状態で熱硬化性樹脂の粉碎工程を行い、減圧下で溶剤除去工程を行うため、製造工程における発火、粉塵爆発などの危険性も少なく、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂粉末の結合が強固であるため、塗装作業における発火、粉塵爆発などの危険性も少ないため、安全性にも優れている。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の実施例3の場合におけるボンデッドアルミニウムを用いた粉体塗料組成物による塗膜の観測角( $\theta$ )とL値との関係を比較例2の場合と対比して説明するグラフである。

【図2A】 本発明の実施例2の電子顕微鏡写真(倍率200倍)であって、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図2B】 比較例1の電子顕微鏡写真(倍率300倍)であって、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図3A】 本発明の実施例2の電子顕微鏡写真(倍率1000倍)であって、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図3B】 比較例1の電子顕微鏡写真(倍率1000倍)であって、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図4A】 本発明の実施例3の電子顕微鏡写真(倍率300倍)であって、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図4B】 比較例2の電子顕微鏡写真(倍率300倍)であって、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図5A】 本発明の実施例3の電子顕微鏡写真(倍率1000倍)であって、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図5B】 比較例2の電子顕微鏡写真(倍率1000倍)であって、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図6A】 本発明の実施例4の電子顕微鏡写真（倍率300倍）であって、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図6B】 比較例3の電子顕微鏡写真（倍率300倍）であって、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図7A】 本発明の実施例4の電子顕微鏡写真（倍率1000倍）であって、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図7B】 比較例3の電子顕微鏡写真（倍率1000倍）であって、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図8A】 本発明の実施例5の電子顕微鏡写真（倍率300倍）であって、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

10

【図8B】 比較例4の電子顕微鏡写真（倍率300倍）であって、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図9A】 本発明の実施例5の電子顕微鏡写真（倍率1000倍）であって、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図9B】 比較例4の電子顕微鏡写真（倍率1000倍）であって、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図10A】 本発明の実施例1の電子顕微鏡写真（倍率300倍）を示して、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図10B】 本発明の実施例1の電子顕微鏡写真（倍率2000倍）を示して、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

20

【図11A】 比較例6の電子顕微鏡写真（倍率300倍）を示して、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図11B】 比較例6の電子顕微鏡写真（倍率2000倍）を示して、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図12A】 本発明の実施例7の電子顕微鏡写真（倍率300倍）を示して、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図12B】 本発明の実施例7の電子顕微鏡写真（倍率1000倍）を示して、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

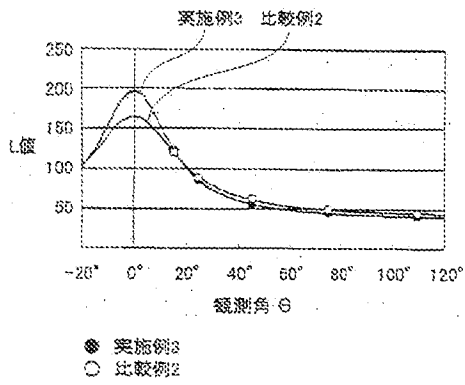
【図13A】 本発明の実施例8の電子顕微鏡写真（倍率300倍）を示して、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

30

【図13B】 本発明の実施例8の電子顕微鏡写真（倍率1000倍）を示して、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図14A】 比較例9の電子顕微鏡写真（倍率300倍）を示して、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図14B】 比較例9の電子顕微鏡写真（倍率1000倍）を示して、アルミニウムフレークと熱硬化性樹脂との付着状況を示す図である。

【図 1】  
FIG.1【図 2 A】  
FIG.2A 実施例2 200倍【図 2 B】  
FIG.2B 比較例1 300倍【図 3 A】  
FIG.3A 実施例2 1000倍【図 3 B】  
FIG.3B 比較例1 1000倍【図 4 B】  
FIG.4B 比較例2 300倍【図 4 A】  
FIG.4A 実施例3 300倍【図 5 A】  
FIG.5A 実施例3 1000倍

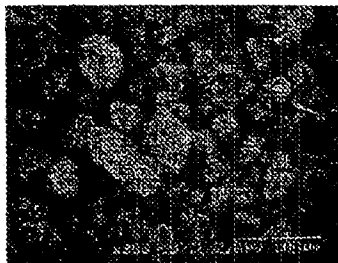
【図 5 B】  
FIG.5B 比較例2 1000倍



【図 6 B】  
FIG.6B 比較例3 300倍



【図 6 A】  
FIG.6A 実施例4 300倍



【図 7 A】  
FIG.7A 実施例4 1000倍



【図 7 B】  
FIG.7B 比較例3 1000倍



【図 8 B】  
FIG.8B 比較例4 300倍



【図 8 A】  
FIG.8A 実施例5 300倍

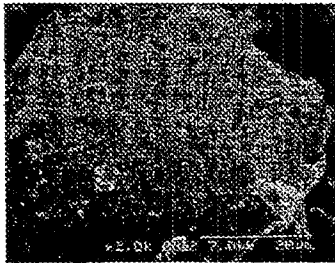


【図 9 A】  
FIG.9A 実施例5 1000倍



【図9B】

FIG.9B 比較例4 1000倍



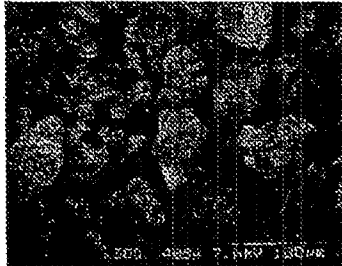
【図10B】

FIG.10B 実施例1 2000倍



【図10A】

FIG.10A 実施例1 300倍



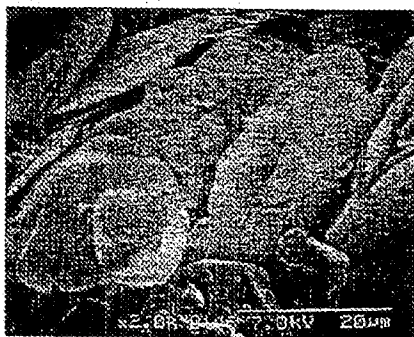
【図11A】

FIG.11A 比較例6 300倍



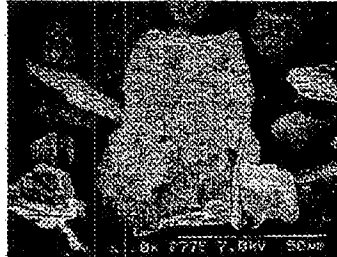
【図11B】

FIG.11B 比較例6 2000倍



【図12B】

FIG.12B 実施例7 1000倍



【図13A】

FIG.13A 実施例8 300倍



【図12A】

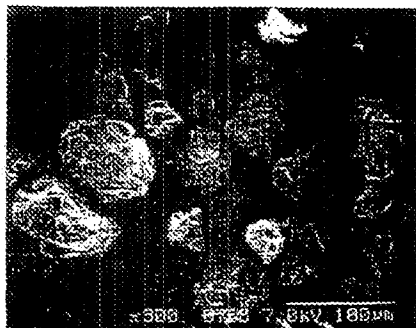
FIG.12A 実施例7 300倍



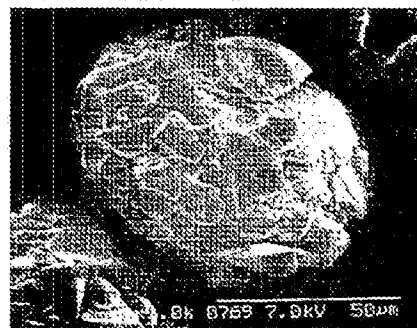
【圖 13B】  
FIG.13B 实施例E 1000倍



【圖 14A】  
FIG.14A 比较例9 300倍



【圖 14B】  
FIG.14B 比较例9 1000倍



---

フロントページの続き

(51) Int. Cl. F I  
C 0 9 D 7/12 (2006.01) C 0 9 D 7/12

(74) 代理人 100109162

弁理士 酒井 将行

(72) 発明者 高野 靖

奈良県橿原市葛本町511番16

(72) 発明者 新居崎 徹

大阪府大阪市中央区久太郎町三丁目6番8号 東洋アルミニウム株式会社内

審査官 樋口 尚良

(56) 参考文献 特開2000-313856 (JP, A)  
特開昭52-128927 (JP, A)  
特開昭50-124935 (JP, A)  
特開平11-29723 (JP, A)  
特開2000-239579 (JP, A)  
国際公開第98/51748 (WO, A1)

(58) 調査した分野(Int. Cl., DB名)

C09D 1/10-10/00

C09D101/00-201/10

B05D 7/24